

DOCKET NO.: 274378US3XPCT

1540875
JC17 Rec'd PCT/PTO 27 JUN 2005

IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE

IN RE APPLICATION OF: Koji WATARI, et al.
SERIAL NO.: NEW U.S. PCT APPLICATION
FILED: HEREWITH
INTERNATIONAL APPLICATION NO.: PCT/JP03/16742
INTERNATIONAL FILING DATE: December 25, 2003
FOR: CENTRIFUGAL SINTERING SYSTEM

**REQUEST FOR PRIORITY UNDER 35 U.S.C. 119
AND THE INTERNATIONAL CONVENTION**

Commissioner for Patents
Alexandria, Virginia 22313

Sir:

In the matter of the above-identified application for patent, notice is hereby given that the applicant claims as priority:

<u>COUNTRY</u>	<u>APPLICATION NO</u>	<u>DAY/MONTH/YEAR</u>
Japan	2002-382579	27 December 2002

Certified copies of the corresponding Convention application(s) were submitted to the International Bureau in PCT Application No. PCT/JP03/16742. Receipt of the certified copy(s) by the International Bureau in a timely manner under PCT Rule 17.1(a) has been acknowledged as evidenced by the attached PCT/IB/304.

Respectfully submitted,
OBLON, SPIVAK, McCLELLAND,
MAIER & NEUSTADT, P.C.



C. Irvin McClelland
Attorney of Record
Registration No. 21,124
Surinder Sachar
Registration No. 34,423

Customer Number
22850

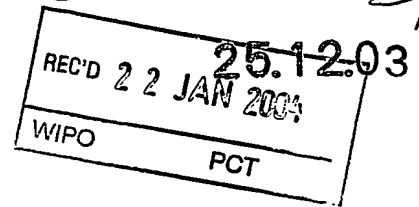
(703) 413-3000
Fax No. (703) 413-2220
(OSMMN 08/03)

BEST AVAILABLE COPY

Rec'd PCT/PTO 27 JUN 2005

PCT/JP03/16742

日本国特許庁
JAPAN PATENT OFFICE



別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出願年月日
Date of Application: 2002年12月27日

出願番号
Application Number: 特願2002-382579
[ST. 10/C]: [JP2002-382579]

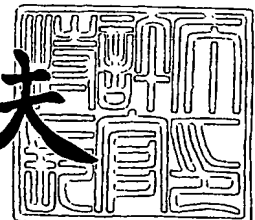
出願人
Applicant(s): 独立行政法人産業技術総合研究所
新東ブイセラックス株式会社

PRIORITY DOCUMENT
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN
COMPLIANCE WITH
RULE 17.1(a) OR (b)

2003年11月26日

特許庁長官
Commissioner,
Japan Patent Office

今井康夫



【書類名】 特許願
【整理番号】 336N02117
【提出日】 平成14年12月27日
【あて先】 特許庁長官 殿
【国際特許分類】 C04B 35/64
B22F 3/14

【発明者】

【住所又は居所】 愛知県名古屋市守山区大字下志段味字穴ヶ洞 2 2 6 6 番
地の 9 8 独立行政法人産業技術総合研究所中部センタ
ー内

【氏名】 渡利 広司

【発明者】

【住所又は居所】 愛知県名古屋市守山区大字下志段味字穴ヶ洞 2 2 6 6 番
地の 9 8 独立行政法人産業技術総合研究所中部センタ
ー内

【氏名】 杵鞭 義明

【発明者】

【住所又は居所】 愛知県名古屋市緑区青山 2 丁目 1 4 5 番地の 2

【氏名】 内村 勝次

【発明者】

【住所又は居所】 愛知県蒲郡市拾石町中屋敷 2 4 番地の 9

【氏名】 石黒 裕之

【発明者】

【住所又は居所】 愛知県新城市川田字山田平 3 7 番地 2 7

【氏名】 森光 英樹

【特許出願人】

【持分】 060/100
【識別番号】 301021533
【氏名又は名称】 独立行政法人産業技術総合研究所
【代表者】 吉川 弘之

【特許出願人】

【持分】 040/100
【識別番号】 300068834
【氏名又は名称】 新東ブイセラックス株式会社

【代理人】

【識別番号】 100102004
【弁理士】
【氏名又は名称】 須藤 政彦
【電話番号】 03-5205-7423

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 053327
【納付金額】 8,400円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1
【物件名】 図面 1
【物件名】 要約書 1

【その他】 国等以外の全ての者の持分の割合 0 4 0 / 1 0 0

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 遠心焼結装置

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 セラミックス又は金属粉体からなる成形体、又はセラミックス前駆体膜に、遠心力場及び温度場を付加する遠心焼結装置に使用するローター、シャフト又は試料ホルダーからなる部材であって、試料ホルダーを回転させるローター、シャフト又は試料ホルダーをセラミックスで構成し、300～1200℃の雰囲気温度を与える条件下で10～700,000Gの遠心力を付加してもこれらが熱変形せず、熱応力により破損しないようにしたことを特徴とする遠心焼結装置のセラミックス部材。

【請求項 2】 上記試料ホルダーを回転させるローター及びシャフトを窒化ケイ素又は炭化ケイ素セラミックスで構成したことを特徴とする、請求項 1 記載のセラミックス部材。

【請求項 3】 上記試料ホルダーを回転させるローターを導電性炭化ケイ素セラミックスで構成し、誘導加熱手段を用いてローターだけを選択的に自己発熱させることにより試料を間接加熱するようにしたことを特徴とする、請求項 1 又は 2 記載のセラミックス部材。

【請求項 4】 上記試料ホルダーを誘電損失の大きい材料で構成し、誘電加熱手段を用いて試料ホルダーだけを選択的に発熱させることにより試料を間接加熱するようにしたことを特徴とする、請求項 1 又は 2 記載のセラミックス部材。

【請求項 5】 上記試料ホルダーを導電性炭化ケイ素セラミックスで構成したことを特徴とする、請求項 4 記載のセラミックス部材。

【請求項 6】 請求項 1 から 5 のいずれかに記載のセラミックス部材を構成要素として含むことを特徴とする遠心焼結装置。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、セラミックス又は金属粉体からなる成形体、又はセラミックス前駆体膜を、遠心場において乾燥及び／又は焼結することにより、セラミックス又は

金属の焼結体、又はセラミックス膜を得る遠心焼結装置に関するものであり、更に詳しくは、試料台を高速回転させることにより、セラミックス又は金属粉体からなる成形体、又はセラミックス前駆体膜に遠心力を与えつつ、これらを乾燥及び／又は焼結することにより、セラミックス又は金属の緻密な焼結体、又は緻密なセラミックス膜を得ることを可能とする遠心焼結装置用セラミックス部材及び該セラミックス部材を装着した遠心焼結装置に関するものである。本発明は、遠心焼結装置で使用するための、試料ホルダーを高温高速回転するローター、シャフト及び試料ホルダーを提供するものとして有用である。

【0002】

【従来の技術】

一般に、遠心力を付加する装置としては、遠心分離装置が代表的なものとして実用化されている。また、焼結を前提とした高温加熱手段としては、真空やガス置換などによる雰囲気条件が制御可能で、急速加熱する手段を有する、高周波誘導加熱や誘電加熱手段が実用化されている。更に、近年、高温雰囲気下で使用される超精密回転体の代表的な部品であるガスタービンの羽根などの材料には、熱膨張が小さく、機械的強度、耐熱性、及び耐摩耗性に優れ、かつ比重が小さく、軽量化が実現できるセラミックス等が活用されるようになった。

【0003】

一方、試料に遠心力を付与しつつ該試料を加熱焼成して焼結体を作製する焼結方法及び装置が提案されている（特許文献1参照）。一般に、この種の方法では、試料に発生する遠心力は、ローターの回転数及び試料までの半径、試料の比重によって決定され、以下の式で示される。

$$CF = 11.18 \times (N / 1000)^2 \times R \quad (1-1)$$

ここで、CFは発生する遠心力（G）、Nは毎分の回転数（ min^{-1} ）、Rはローターの中心から試料までの距離である。遠心力は、回転数の2乗、ローターの中心から試料までの距離に比例することから、ローターは、その回転数が増大すればするほど、発生する遠心力がますます大きくなり、ローター自体に発生する内部応力も増大し、それにより、ローター自体が破壊する恐れがある。表1に、例えば、ローターの中心から試料までの距離を8cmとした時の回転数と遠心

力の関係を示す。これらのことから、回転ローター部として、高速回転に対応できる駆動部を開発すること、及びローターの中心から試料までの距離が長い、即ち、半径が大きいローターを開発することが重要となり、そのためには、それらの開発を可能とする新しい部材を開発することが重要となる。

【0004】

【表1】

回転数 (min ⁻¹)	5,000	7,000	10,000	30,000	50,000	70,000
遠心力 (×G)	2,236	4,382	8,944	80,496	223,600	438,256

【0005】

また、回転軸を超高速で回転させるには、次の2通りの方式；（1）回転軸の曲げ危険速度をできるだけ高く設定し、この曲げ危険速度以下で回転軸を使用する剛性軸方式、及び（2）回転軸の曲げ危険速度以上で回転軸を使用する弾性軸方式、がある。これらのうち、剛性軸方式の場合には、回転軸の曲げ剛性を高くするために、この回転軸の外径を太くする等の必要がある。しかし、回転軸を大きくすると軸受けの周速が大きくなり、その潤滑条件には限界がある。

【0006】

一方、弾性軸方式では、回転軸の曲げ危険速度が比較的低速域になる様に回転軸を細径部を有する構造とし、曲がりを抑えることなく回転を上昇させて、危険速度を通過させ、回転軸を曲げ危険速度以上の高速回転域まで使用する。上記焼結装置の回転軸は、高温雰囲気で使用されるため、セラミックス軸を採用しようとしても、セラミックスは脆性材料であり、この回転軸の回転速度を、その曲げ危険速度を越えて上昇させることは、剛性軸方式の場合と同様に、材料上のたわみの許容値が小さいために困難である。そのために、この方式では、回転軸の回転速度が曲げ危険速度以下に限られてしまうという問題がある。

【0007】

【特許文献1】

特開2002-193680号公報

【0008】

【発明が解決しようとする課題】

本発明は、上記従来技術の諸問題と上記事情に鑑みてなされたものであり、前述の種々の問題点をふまえて、セラミックス又は金属粉体からなる成形体、又はセラミックス前駆体膜に、遠心力場及び温度場を付加できる装置に使用するローター、シャフト又は試料ホルダーからなる部材であって、試料ホルダーを回転させるローター及びシャフトが1200℃レベルの雰囲気温度を与える条件下で耐久性を有する遠心焼結装置のセラミックス部材を提供すること及び誘電加熱手段又は誘電加熱手段を用いて試料を間接加熱することを可能とする遠心焼結装置を提供することを目的とするものである。

【0009】

【課題を解決するための手段】

上記課題を解決するための本発明は、以下の技術的手段から構成される。

(1) セラミックス又は金属粉体からなる成形体、又はセラミックス前駆体膜に、遠心力場及び温度場を付加する遠心焼結装置に使用するローター、シャフト又は試料ホルダーからなる部材であって、試料ホルダーを回転させるローター、シャフト又は試料ホルダーをセラミックスで構成し、300～1200℃の雰囲気温度を与える条件下で10～700,000Gの遠心力を付加してもこれらが熱変形せず、熱応力により破損しないようにしたことを特徴とする遠心焼結装置のセラミックス部材。

(2) 上記試料ホルダーを回転させるローター及びシャフトを窒化ケイ素又は炭化ケイ素セラミックスで構成したことを特徴とする、前記(1)記載のセラミックス部材。

(3) 上記試料ホルダーを回転させるローターを導電性炭化ケイ素セラミックスで構成し、誘導加熱手段を用いてローターだけを選択的に自己発熱させることにより試料を間接加熱するようにしたことを特徴とする、前記(1)又は(2)記

載のセラミックス部材。

(4) 上記試料ホルダーを誘電損失の大きい材料で構成し、誘電加熱手段を用いて試料ホルダーだけを選択的に発熱させることにより試料を間接加熱するようにしたことを特徴とする、前記(1)又は(2)記載のセラミックス部材。

(5) 上記試料ホルダーを導電性炭化ケイ素セラミックスで構成したことを特徴とする、前記(4)記載のセラミックス部材。

(6) 前記(1)から(5)のいずれかに記載のセラミックス部材を構成要素として含むことを特徴とする遠心焼結装置。

【0010】

【発明の実施の形態】

次に、本発明について更に詳細に説明する。

本発明は、前述のように、セラミックス又は金属粉体からなる成形体、又はセラミックス前駆体膜に、遠心力場及び温度場を付加する遠心焼結装置に使用するローター、シャフト又は試料ホルダーからなる部材であって、試料ホルダーを回転させるローター、シャフト又は試料ホルダーをセラミックスで構成し、300～1200℃の雰囲気温度を与える条件下で10～700,000Gの遠心力を付加してもこれらが熱変形せず、熱応力により破損しないようにしたことを特徴とするものである。本発明者らが検討したところによれば、高温雰囲気で高速回転する装置は、以下の条件を満たすことが必要である。即ち、(1)ローターの材質としては、熱膨張が小さく、機械的強度及び耐熱性に優れ、かつ比重が小さく、軽量化が実現できる材質であること、(2)ローターは、高速回転に対応できる空気抵抗の少ない円盤形状、及びローターの中心から試料までの距離が長い、即ち、半径が大きいローターであること、(3)シャフトとしては、熱膨張が小さく、機械的強度及び耐熱性に優れ、熱伝導率が小さく、断熱性に優れる材質であること、(4)軸の曲げ危険速度をできるだけ高く設定でき、この曲げ危険速度以下で使用する剛性軸方式を採用すること、(5)加熱する手段としては、高周波誘導加熱や誘電加熱方式による急速加熱が効果的であり、特に、ローター及び試料ホルダーの材質が選択的な局所加熱ができる材質であること、が必要である。

【0011】

そこで、これらの課題を解決すべく検討及び研究した結果、下記の構成を採用することが重要であることが分かった。即ち、(1) ローター材料としては、1200℃レベル以下の雰囲気温度条件下で高温強度が大きく、かつ比重が小さい材質を使用することでローターの軽量化を達成する、(2) シャフト材料としては、1200℃レベル以下の雰囲気温度条件下で高温強度が大きく、かつ熱伝導率が小さい材質を使用することでローターと軸受けとの断熱性を確保する、(3) 加熱手段に優れる材料として、導電性がある材質で誘導加熱できるもの、又は誘電損失の大きい材質で誘電加熱できるものであること、(4) 流体力学的に空気抵抗が少ないローター形状として、突起のない円盤形状であること、(5) 効率的な加熱・冷却が可能で、ハンドリングが容易な構造として、試料ホルダーが円盤の中に内蔵され、かつ試料ホルダーだけ選択加熱できるような材質を使用すること、が重要である。

【0012】

これらの要件を総合的に考慮して、具体的な材質としては、好適には、例えば、高温高速回転するローター及び試料ホルダーに炭化ケイ素セラミックスを、また、シャフトに窒化ケイ素セラミックスを採用することにより1200℃レベルの雰囲気中で耐久性に優れる前記課題が解決できることが分かった。

即ち、本発明は、高温高速回転するローター及びシャフトが、300～1200℃の雰囲気温度を与える条件下で10～700,000Gの遠心力を付加しても熱変形せず、熱応力により破損しないように、それらを、窒化ケイ素又は炭化ケイ素セラミックスで構成したことを特徴とするものである。また、本発明は、高温高速回転するローター及び試料ホルダーを炭化ケイ素セラミックスで構成し、シャフトを窒化ケイ素セラミックスで構成し、誘導加熱手段又は誘電加熱手段を使って、ローター又は試料ホルダーを自己発熱させることにより試料を選択的に加熱するようにしたことを特徴とするものである。

【0013】

本発明で使用する窒化ケイ素セラミックスとしては、例えば、アルミナ、イットリアなど焼結助剤を添加した窒化ケイ素焼結体、アルミナ、窒化アルミニウム

等を添加したサイアロン焼結体などが例示される。また、同じく炭化ケイ素セラミックスとしては、例えば、ホウ素や炭素などを焼結助剤として添加した炭化ケイ素焼結体が例示される。導電性の炭化ケイ素セラミックスとしては、例えば、高純度の炭化ケイ素原料を用い、微量の等電性物質を添加して、ホットプレス焼結した炭化ケイ素焼結体が例示される。また、誘電損失の大きい材料としては、例えば、等電性炭化ケイ素やジルコニアなどが例示される。しかし、表2に示す諸特性を有するものであれば良く、これらに限定されない。

【0014】

次に、ローター及びシャフト、及び試料ホルダーの作製方法について説明すると、出発原料と焼結助剤を混合粉碎し、その後、成形助剤を添加したスラリーをスプレードライヤーで乾燥、造粒し、プレス原料を調製する。その後、静水圧プレス成形法により円板形状及び棒状にそれぞれ成形し、成形助剤を脱脂後、窒化ケイ素は常圧焼結、炭化ケイ素はホットプレス焼結して素材を得る。その後、機械加工して所定の形状のローター及びシャフト及び試料ホルダーを作製する。

【0015】

本発明で使用する遠心焼結装置としては、例えば、高速回転が可能な試料台（試料ホルダー）を有するワーク部、該ワーク部を加熱する加熱部、加熱温度を制御する温度制御部、ワークを回転させる回転部（ローター及びシャフト）、回転速度を制御する回転速度制御部、真空磁気シール軸受け部、及び密閉用の蓋体、を備えている焼結装置（図1）が例示される。しかし、これらに限らず、これらと同効の手段及び機能を有するものであれば、同様に使用することができる。本発明では、上記焼結装置において、その回転部を構成するローター及びシャフトを上記窒化ケイ素又は炭化ケイ素セラミックスで構成し、あるいは、上記ローターを導電性炭化ケイ素セラミックスで構成し、上記試料ホルダーを誘電損失の大きい材料、例えば、導電性炭化ケイ素セラミックスで構成する。

【0016】

本発明では、上記構成を採用することにより、例えば、誘導加熱手段を用いて、ローターあるいは試料ホルダーだけを選択的に発熱させることにより、試料を間接加熱することが可能となり、それにより、焼結過程におけるエネルギー効率

を著しく向上させることができる。また、上記ローター及びシャフトを上記窒化ケイ素又は炭化ケイ素セラミックスで構成することにより、 $300\sim1200^{\circ}\text{C}$ の雰囲気温度条件下で $10\sim700,000\text{G}$ の遠心力を付加しても、ステンレス製ローター及びシャフトに比べて、上記ローター及びシャフトは、熱変形せず、熱応力により破損しないで、高い安全率で高速回転が可能である。例えば、ステンレス製では、回転数 $10,000\text{min}^{-1}$ を超えられないが、窒化ケイ素セラミックス製では、回転数が $10,000\text{min}^{-1}$ を超えても高い安全性を有する、という予期し得ない効果が得られることが分かった。

【0017】

また、後記する試験例に示されるように、窒化ケイ素又は炭化ケイ素セラミックス製では、特に、破壊強度、軽量化の点で優れており、軸部の安全性、共振回転数が大きくなることが分かった。本発明の試料ホルダーを回転させるローター及びシャフト、及び試料ホルダーを使用することにより、 $10\sim700,000\text{G}$ の遠心力場及び $300\sim1200^{\circ}\text{C}$ の温度場を付加できる遠心焼結装置を実現化することが可能となる。本発明において、加熱手段は、特に、制限されるものではないが、ローター及び／又は試料ホルダーを導電性炭化ケイ素セラミックスで構成した場合には、誘導加熱手段又は誘電加熱手段が採用される。この場合、この加熱手段の具体的な構成は特に制限されるものではなく、適宜の手段及び方法を用いることができる。

【0018】

試料ホルダーは、試料の脱着が容易で、遠心力の負荷により移動しない構造にする必要がある。また、試料ホルダーに遠心力を負荷させるために、試料ホルダーの重量は可能な限り軽量化し、ホルダー毎の重量を一定にして、偏心による回転振動を発生させないことが要求される。例えば、ローター外周部のポケット孔に試料ホルダーを落とし込む方式とすること、試料ホルダーをビス無しで試料をセットできるように、ローターに落とし込む方式とすること、が例示されるが、これらに制限されない。

【0019】

次に、試験例に基づいて本発明を具体的に説明する。

ローター及びシャフトの材料の評価を、ステンレス及びセラミックスの各種材料を対象として行った。ここで、各種材料の諸特性を表2に示す。ローター及びシャフトの材料として、窒化ケイ素及び炭化ケイ素は、表2に示すように、セラミックスの中でも好適な比重、室温強度、高温強度、破壊靱性、耐熱衝撃性等を有する。

【0020】

【表2】

各 種 材 料	比 重	ヤング 率	室 温 強 度	高 温 強 度	高 温 強 度	破 壊 靱 性	耐 熱 衝 撃 性	電 気 抵 抗	熱 伝 導 率
	kg/cm ³	kg/cm ² × 10 ⁶	kg/cm ²	kg/cm ² (800℃)	kg/cm ² (1200℃)	MPa m ^{1/2}	℃	Ω-cm	cal· cm/cm ² · sec·℃
ス テ ン レ ス	8.0	2.0	2700	1300	<220	—	—	0.079	0.04
ハ ス テ ロ イ	8.2	2.1	3630	1830	<560	—	—	0.118	0.02
窒 化 ケ イ 素	3.2	3.0	4900	4200	3900	6	650	>10 ¹⁴	0.07
炭 化 ケ イ 素	2.3	4.4	4600	4600	4600	3	500	0.0006	0.20
ジ ル コ ニ ア	6.1	2.1	9800	4900	1100	10	350	>10 ¹⁴	0.009
ア ル ミ ナ	3.9	3.5	3300	3000	2500	3	200	>10 ¹⁴	0.06
サ イ ア ロ ン	3.2	3.3	8000	5000	4500	5	700	>10 ¹⁴	0.06

【0021】

ローター及びシャフトの材質を評価するために、(1) ローター部材の材料選定、(2) シャフト強度の計算と材質・寸法形状の選択、(3) 共振回転数の計算、及び(4) 好適な構成の検討を行った。

【0022】

(1) ローター部材の材料選定

ローターの強度は、ローター半径方向に引張り応力として発生する最大引張り応力 (σ_{rmax}) と、回転により円周方向で生ずる最大引張り応力 ($\sigma_{\theta \text{max}}$) に

対応すると考え、それらを以下の計算により求めた。

即ち、ローターの半径方向に引張り応力として発生する σ_{rmax} は、次の式：

$$\sigma_{rmax} = (\gamma \cdot \omega^2 / 8g) \times (3 + \nu) \times (b - a)^2 \quad (1-2)$$

で表される。

一方、回転により円周方向にかかる $\sigma_{\theta max}$ は、次の式：

$$\sigma_{\theta max} = (\gamma \cdot \omega^2 / 4g) \times \{ (3 + \nu) \times b^2 + (1 - \nu) \times a^2 \} \quad (1-3)$$

で表される。ここで、 γ は材料の比重 (kgf/cm^3)、 ω は角速度 (rad/sec)、 ν は材料のポアソン比、 a はローターの内径 (cm)、 b はローターの外径 (cm)、 g は重力加速度 (cm/sec^2) である。

【0023】

次に、一例として、ステンレスについて検討を行った例を示す。ここで、ローターの回転数を $15,000 \text{ min}^{-1}$ 、ローター内径 a を 0.6 cm 、ローターの外径 b を 9 cm 、ステンレスの γ を $0.00793 \text{ kgf}/\text{cm}^3$ 、 ν を 0.3 とし、ステンレス製ローターで生ずる σ_{rmax} 及び $\sigma_{\theta max}$ を計算すると、 581 及び $1334 \text{ kgf}/\text{cm}^2$ となる。表2に示すように、 800°C におけるステンレスの耐力は $1300 \text{ kgf}/\text{cm}^2$ であり、得られた $\sigma_{\theta max}$ はステンレスの耐力より大きいことから、ステンレス製ローターは、高温 (800°C) における高速回転 ($15,000 \text{ min}^{-1}$) には適さないことが分かる。

【0024】

また、他の例として、窒化ケイ素について検討を行った例を示す。窒化ケイ素の γ を $0.0032 \text{ kgf}/\text{cm}^3$ 、 ν を 0.2 とすると、 σ_{rmax} は $227 \text{ kgf}/\text{cm}^2$ 、 $\sigma_{\theta max}$ は $522.1 \text{ kgf}/\text{cm}^2$ となる。

窒化ケイ素の引張り応力は、表2に示すように、 $4200 \text{ kgf}/\text{cm}^2$ であり、この値は σ_{rmax} 及び $\sigma_{\theta max}$ に比べ十分に大きい。そのため、窒化ケイ素製ローターは、高温 (800°C) における高速回転 ($15,000 \text{ min}^{-1}$) に適することが分かった。

【0025】

安全率は、部材が変形しない限界を示すものであり、その数値の大小は、部材

の材料選択の指標となる。安全率は、発生する最大引張り応力と材料固有の耐力から、以下の式で表される。

(ステンレスの場合)

安全率 S = 材料固有の耐力 / 発生する最大引張り応力 (1-4)

(窒化ケイ素の場合)

安全率 S = 許容引張り応力 / 発生する最大引張り応力 (1-5)

ここで、(1-2) 及び (1-3) 式をもとに、窒化ケイ素製及びステンレス製ローターの回転数が変化した時のローターに生ずる σ_{rmax} と $\sigma_{\theta max}$ を求め、上記 (1-4) 及び (1-5) 式から安全率について計算を行い、安全性について検討した。尚、800℃におけるステンレスの耐力は、表2をもとに、1300 kgf/cm² とした。一方、セラミックスでは、脆性材料で変形能が極端に小さいため、耐力の代わりに、引張り破壊強度を用いた。800℃における窒化ケイ素の破壊強度は、表2より、4200 kgf/cm² とした。

【0026】

図2と図3に、800℃における半径方向及び円周方向のステンレス製及び窒化ケイ素製ローターの回転数と安全率の関係を示す。窒化ケイ素の場合は、ステンレスに比べて、所定の回転数の範囲では、安全率の高い値を示した。特に、窒化ケイ素の場合、回転数25,000 min⁻¹の高速回転では、半径方向に対し約7、円周方向に対し約3の高い値を示したが、ステンレスの場合、半径方向で約2、円周方向で1以下の低い値を示した。このことは、窒化ケイ素製ローターは、ステンレス製ローターに比べて、高い安全率で高速回転が可能であることを示し、10,000 min⁻¹を越えても窒化ケイ素製ローターは安全性が高いことを示す。一方、ステンレス製ローターでは、回転数10,000 min⁻¹以上では安全率が確保できているが、それ以上では確保できず、そのために、ステンレス製ローターは、回転数10,000 min⁻¹以下しか適用できないことが分かった。

【0027】

(2) 軸強度の計算と材質・寸法形状の選択

シャフトの強度計算式を以下に示す。

軸にかかる遠心力 (k g f)

$$F = \{W \times (\delta + \epsilon) / g\} \times \omega^2 \quad (1-6)$$

遠心力による軸たわみ量 (c m)

$$\delta = F \cdot L^3 / 3 E \cdot I \quad (1-7)$$

軸に発生する最大引張り応力 (k g f / c m²)

$$\sigma_{\max} = F \cdot L / Z \quad (1-8)$$

尚、Wはローター重量 (k g f)、 δ は軸たわみ量 (c m)、 ϵ はローター偏心量 (c m)、 ω は角速度 (r a d / s e c)、Lは軸長 (固定端からの長さ) (c m)、Eはヤング率 (k g f / c m²)、Iは断面2次モーメント (c m⁴)、Zは断面係数 (c m³)である。

【0028】

ここで、ステンレス製の軸に発生する応力について検討した。上記(1)の安全率の結果から、ステンレス製ローターの場合、回転数が10,000min⁻¹を越えないことが重要である。そのために、図1に示す形状のローターを対象とし、回転数を10,000min⁻¹として計算した。ローターの重量Wを4.06k g f、ローター偏心量 ϵ を0.01c m、軸径dを3c m、軸長Lを12c m、ヤング率Eを2,000,000k g f / c m²、断面2次モーメントIを3.97c m⁴、断面係数Zを2.65c m³とした。

【0029】

Iについては、 $I = \pi d^4 / 64$ であるために、3.97の値となった。Zについては、 $Z = \pi d^3 / 32$ から2.65の値を利用した。これらの値をもとに計算すると、軸にかかる遠心力Fは66,250k g f · c m / s e c²、軸たわみ量 δ は49 μ m、軸に発生する最大引張り応力 σ_{\max} は306k g f / c m²、であった。得られた最大引張り応力をもとに、800℃におけるステンレスの耐力は、表2をもとに、1300k g f / c m²として安全率を計算すると4.2となった。一方、窒化ケイ素についても同様に強度計算を行った。重量Wを1.62k g f、ローター偏心量 ϵ を0.01c m、軸径を3c m、軸長Lを12c m、ヤング率Eを3,000,000k g f / c m²、断面2次モーメントIを3.97c m⁴、断面係数Zを2.65c m³とした。

【0030】

回転数については、ステンレスと比較するために、 $10,000\text{min}^{-1}$ とした。計算により得られた軸にかかる遠心力 F は $19,475\text{kgf}\cdot\text{cm}/\text{sec}^2$ 、軸たわみ量 δ は $10\mu\text{m}$ 、軸に発生する最大引張り応力 σ_{max} は $90\text{kgf}/\text{cm}^2$ 、となった。このとき、得られた最大引張り応力をもとに、 800°C における安全率を計算すると 46.7 となった。軸径は同一で材質を変えることで、重量が 2.5 倍軽量化され、ヤング率が 1.5 倍大きくなることになる。最終的な安全率は、ステンレス製に対し、窒化ケイ素製では約 11 倍になり、信頼性が飛躍的に向上することが分かった。

【0031】

図4に、温度 800°C における回転軸の強度、即ち、ステンレス製と窒化ケイ素製回転軸の回転数と軸の安全率の関係を示す。窒化ケイ素製の場合は、ステンレス製に比べて、所定の回転数の範囲では、安全率は高い値を示した。特に、窒化ケイ素製のローター及び軸について、安全率の値は、共振回転数以下で使用すれば数値的にも十分な信頼性を有する。そこで、この結果をもとに、窒化ケイ素系及びステンレス製のローター及び軸の寸法を決定した。ここで、回転軸は、軸受けに固定されており、軸径が大口径ほど剛性が高く、安全率は高くなるが、軸受けの周速が大きくなり、軸受けの寿命と関連して制約される。ここでは、潤滑方式として、グリース潤滑条件下で、許容回転速度 $35,000\text{min}^{-1}$ 以下の条件下では軸径を 3cm とした。

【0032】

(3) 共振回転数の計算

共振回転数の計算式を以下に示す。

共振回転数 (min^{-1})

$$n = (30/\pi) \times (3E \cdot I \cdot g / L^3 \cdot W)^{1/2} \quad (1-9)$$

ここで、 W はローター重量 (kgf)、 L は軸長 (固定端からの長さ) (cm)、 E はヤング率 (kgf/cm^2)、 I は断面2次モーメント (cm^4)、 g は重力加速度 (cm/sec^2) である。上記式をもとに、ステンレス製及び窒化ケイ素製ローターと軸を採用した場合の共振回転数を計算した。ステンレス製

ローターの重量 W を 4.06 kgf 、ステンレス製軸径 d を 3 cm 、軸長 L を 12 cm 、ヤング率 E を $2,000,000\text{ kgf/cm}^2$ 、断面2次モーメント I を 3.97 cm^4 、重力加速度 g を 980 cm/sec^2 、とした。このときの断面2次モーメント I は $I = \pi d^4 / 64$ から求めたものである。計算で求められる共振回転数 n は、 $17,440\text{ min}^{-1}$ であった。

【0033】

一方、窒化ケイ素製ローターの重量 W を 1.62 kgf 、窒化ケイ素製の軸径を 3 cm 、軸長 L を 12 cm 、ヤング率 E を $3,000,000\text{ kgf/cm}^2$ 、断面2次モーメント I を 3.97 cm^4 、とした。このときの断面2次モーメント I は、 $I = \pi d^4 / 64$ から求めた。計算により得られた共振回転数 n は、 $33,790\text{ min}^{-1}$ であった。図5に、ステンレスと窒化ケイ素の場合の軸長が変化したときの共振回転数の値を示す。軸長が短くなるにつれて相乗的に共振回転数は大きくなり、窒化ケイ素はステンレスの2倍の値を示した。

【0034】

また、図6に、ステンレスと窒化ケイ素の場合のローター重量が変化したときの共振回転数の値を示す。ローター重量が小さくなるにつれて相乗的に共振回転数は大きくなるが、軸長ほどの効果はなかった。また、窒化ケイ素は比重が小さいため、共振回転数は高くなっている。これらの結果から、できるだけ軽量化したローターで軸長を短くした構造が有利となることが分かった。窒化ケイ素製の回転軸を採用することにより、共振回転数が高速化できる。しかしながら、窒化ケイ素は、脆性材料であり、共振回転数域では即時破壊する危険性があるため、共振回転数以下で使用することが不可欠の条件である。尚、セラミックス材料として、窒化ケイ素の場合を中心に説明したが、炭化ケイ素について検討したところ、炭化ケイ素も、物性的に同等の性質を有しており、同等の効果が期待できることが分かった。

【0035】

(4) 好適な構成

ローター部の構成については、検討結果から、以下のことが分かった。即ち、窒化ケイ素製ローターは、ステンレス製ローターに比べて、高い安全率で高速回

転が可能であり、 $10,000\text{ min}^{-1}$ を越えても窒化ケイ素製ローターは、安全性が高い。また、ステンレス製ローターの場合、回転数が $10,000\text{ min}^{-1}$ を越えないことが必要である。軸部の構成においては、検討結果から、以下のことが分かった。即ち、軸の材質を変えただけで、重量が2.5倍軽量化され、ヤング率が1.5倍大きくなることになり、最終的な安全率は、ステンレス製に対し、窒化ケイ素では、約11倍になり、信頼性が飛躍的に向上する。共振回転数については、検討結果から、以下のことが分かった。即ち、軸長が短くなるにつれて、相乗的に共振回転数は大きくなり、窒化ケイ素は、ステンレスの2倍の値を示した。できるだけ軽量化したローターで、軸長を短くした構造が有利となること、窒化ケイ素製の回転軸を採用することにより共振回転数が高速回転化できることが分かった。以上の結果をもとに作製した窒化ケイ素製ローター及び軸の一例をステンレス製と併せて表3に示す。

【0036】

【表3】

材 質	ス テ ン レ ス 製	窒 化 ケ イ 素 製
形 状 及 び サ イ ズ	図 1 - 2 参 照	
ロ-ター重量 (k g)	4 . 0 6	1 . 6 2
軸 径 (c m)	3 . 0	3 . 0
軸 長 (c m)	1 2 . 0	1 2 . 0
断面 2 次 モ-メント (c m ⁴)	3 . 9 7	3 . 9 7
断面 係 数 (c m ³)	2 . 6 5	2 . 6 5
ヤング率 (k g f / c m ²)	2,000,000	3,000,000
共 振 回 転 数	1 7 , 4 4 0	3 3 , 7 9 0

【0037】

【実施例】

次に、実施例に基づいて本発明を具体的に説明するが、本発明は、以下の実施例によって何ら限定されるものではない。

実施例 1

(1) 導電性セラミックスの誘導加熱試験

本発明では、誘導加熱を利用して、ローターもしくは試料ホルダーの部材を導電性材料とし、その自己発熱を通じて被加熱体を加熱する方式を採用した。その場合、ローターもしくは試料ホルダーの部材には、高い導電性の他に、軽量性、高強度、高熱伝導性などが必要とされる。そこで、本実施例では、これらの条件を満たす材料として、炭化ケイ素を選択し、各種の炭化ケイ素セラミックス部材の加熱昇温特性について試験した。

【0038】

(2) 試験サンプルの物性

試験サンプルとしては、導電性が大きく異なる3種類を準備した(表4)。特に、サンプルAは、最も導電性が高い低電気抵抗の材質であり、サンプルCは、最も導電性が低い高電気抵抗の材質である。サンプルは、すべてホットプレス法により作製したものである(製造メーカー：屋久島電工(株))。サンプルサイズは、20mm×20mm×10mm tであり、表4に、サンプル物性値を示す。

【0039】

(3) 試験方法

誘導加熱試験(加熱昇温テスト)として、サンプル表面に熱電対を接触させ、昇温速度200℃/minを目安に、誘導加熱装置(最大出力：30kW、周波数：60～70kHz)の出力をコントロールし、熱電対によりサンプル表面温度を計測した。図7に、誘導加熱試験の概要図を示す。

【0040】

(4) 試験結果

図8に、加熱昇温テスト結果を示す。横軸に経過時間、縦軸にサンプルの表面温度を示す。電気抵抗が小さい低電気抵抗のサンプルAでは最大負荷電力3.9kWで200℃/minの昇温速度が達成できた。一方、電気抵抗が大きい高電

気抵抗のサンプルCでは最大負荷電力10kWでも10℃/minの昇温速度しか達成できないことが分かった。これらのことより、被加熱物の電気抵抗が大きく影響することが分かった。

【0041】

(5) ローター又は試料ホルダーの材質

上記試験から、ローター又は試料ホルダーの材質としては、加熱出力が小さく、高速昇温可能な低電気抵抗の炭化ケイ素が好適であると考えられた。

【0042】

実施例2

ローター及びシャフトを表4に示す窒化ケイ素製のものと同一の寸法の炭化ケイ素セラミックスで構成した遠心焼結装置を使用し、加熱雰囲気温度1200℃の条件下で回転数30,000min⁻¹で回転させた。その結果、熱変形による回転振動の発生もなく、支障なく高速運転できることが確認された。また、共振回転数の近辺の回転数32,000min⁻¹から、振動が発生しはじめ、予測した通りであることが検証された。

【0043】

【表4】

試験片名	サンプル A	サンプル B	サンプル C
密度 (g/cm ³)	3.19	3.19	3.20
曲げ強度 (MPa)	520	520	610
ヤング率 (GPa)	420	420	430
熱伝導率 (W/m・K)	200	194	235
電気抵抗 (μΩ・cm)	0.6	1	3000

【0044】

実施例 3

本実施例では、試料ホルダーを内蔵した高温高速回転するローターを導電性炭化ケイ素セラミックス（実施例 1 に示すサンプル A と同一の材質）で構成し、また、シャフトを窒化ケイ素セラミックスで構成した遠心焼結装置を使用した。ローター及びシャフトの寸法は、表 3 に示す窒化ケイ素製のものと同一とした。該装置において、回転数 $30,000 \text{ min}^{-1}$ でローターを回転させながら、最大出力： 30 kW 、周波数： 70 kHz の誘導加熱装置の誘導加熱コイルを用いてローターだけを選択的に自己発熱させて試料ホルダーに装着した試料を間接加熱し、 $800^\circ\text{C}/\text{hr}$ の昇温速度で 1200°C まで加熱し、2 時間保持した。その結果、試料ホルダー及び試料は、 1200°C に間接加熱された。3 時間連続運転した結果、支障なく運転できることが確認された。図 9 に試験した装置のシステム全体構成図を示す。

【0045】

実施例 4

本実施例では、試料ホルダーを内蔵した高温高速回転するローター及びシャフトを窒化ケイ素セラミックスで構成し、また、試料ホルダーを炭化ケイ素セラミックスで構成した遠心焼結装置を使用した。ローター及びシャフトの寸法は、表 3 に示す窒化ケイ素製のものと同一とした。該装置において、回転数 $30,000 \text{ min}^{-1}$ でローターを回転させながら、最大出力： 10 kW 、周波数： 70 kHz の誘導加熱装置の誘導加熱コイルを用いて試料ホルダーだけを選択的に自己発熱させて該試料ホルダーに装着した試料を間接加熱し、 $1200^\circ\text{C}/\text{hr}$ の昇温速度で 1200°C まで加熱し、2 時間保持した。3 時間連続運転した結果、支障なく運転できることが確認された。

【0046】

実施例 5

本実施例では、試料ホルダーを高温高速回転させるローター及びシャフトを電氣的に絶縁性の窒化ケイ素セラミックスで構成し、また、試料ホルダーを誘電損失の大きい材料である炭化ケイ素セラミックスで構成した遠心焼結装置を使用した。また、誘電加熱手段として、出力 5 kW の工業用マイクロ波加熱装置を用い

た。試料ホルダーに試料を装着し、誘電加熱により試料ホルダーだけを選択的に自己発熱させて試料を間接加熱し、 $1200^{\circ}\text{C}/\text{hr}$ の昇温速度で 800°C まで加熱し、1時間保持した。加熱手段を誘電加熱とした他は実施例4と同様とした。その結果、試料ホルダー及び試料は、 800°C に間接加熱された。3時間連続運転した結果、支障なく運転できることが確認された。

【0047】

【発明の効果】

以上詳述したように、本発明は、遠心焼結装置に使用するローター、シャフト又は試料ホルダーからなる部材に係るものであり、本発明により、1) 試料ホルダーを高温高速回転するローター及びシャフトを窒化ケイ素又は炭化ケイ素セラミックスで構成することにより、 $300\sim 1200^{\circ}\text{C}$ の雰囲気温度を与える条件下で数十万Gの遠心力を付加しても熱変形せず、熱応力により破損しないで、耐久性に優れる装置とすることが可能となった、2) 試料ホルダーを高温高速回転するローター及び／又は試料ホルダーを炭化ケイ素セラミックスで、また、シャフトを窒化ケイ素セラミックスで構成することにより、誘導加熱手段又は誘電加熱手段を使って、ローター又は試料ホルダーを自己発熱させることにより試料を選択的に加熱することが可能であり、それにより効率的な焼結が可能となった、3) ローター及び試料ホルダーの少なくとも一部に、導電性炭化ケイ素セラミックス材料を用いることにより、試料を選択的に加熱することが可能となり、遠心焼結操作及びエネルギー負荷の点で、高精度及び高効率な焼結が可能となった、という格別の効果が奏される。

【図面の簡単な説明】

【図1】

遠心焼結装置の概念図を示す。

【図2】

温度 800°C におけるステンレス及び窒化ケイ素ローターの回転数との安全率の関係（径方向）を示す。

【図3】

温度 800°C におけるステンレス及び窒化ケイ素ローターの回転数との安全率

の関係（円周方向）を示す。

【図 4】

温度 8 0 0 ℃における回転軸の回転数と軸の安全率の関係を示す。

【図 5】

温度 8 0 0 ℃における軸長が変化したときの共振回転数の計算結果を示す。

【図 6】

温度 8 0 0 ℃におけるローター重量が変化したときの共振回転数の計算結果を示す。

【図 7】

誘導加熱試験の概要図を示す。

【図 8】

電気抵抗の異なる炭化ケイ素の加熱昇温テスト結果を示す。

【図 9】

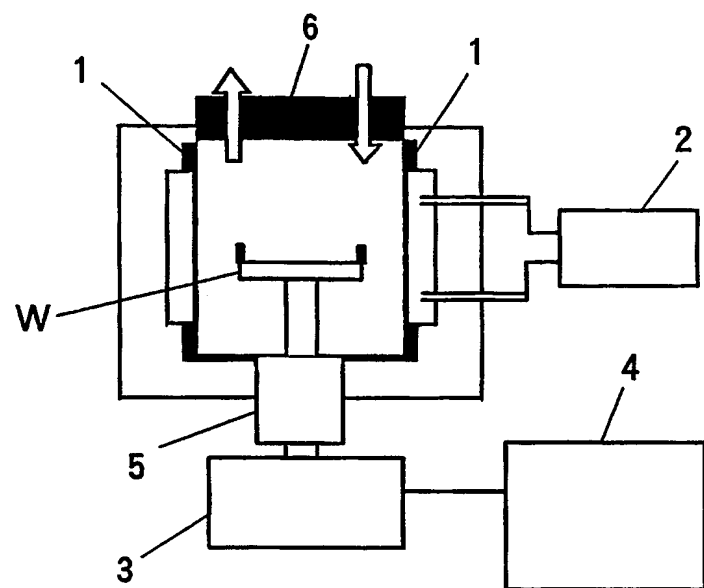
試験装置のシステム全体構成図を示す。

【符号の説明】

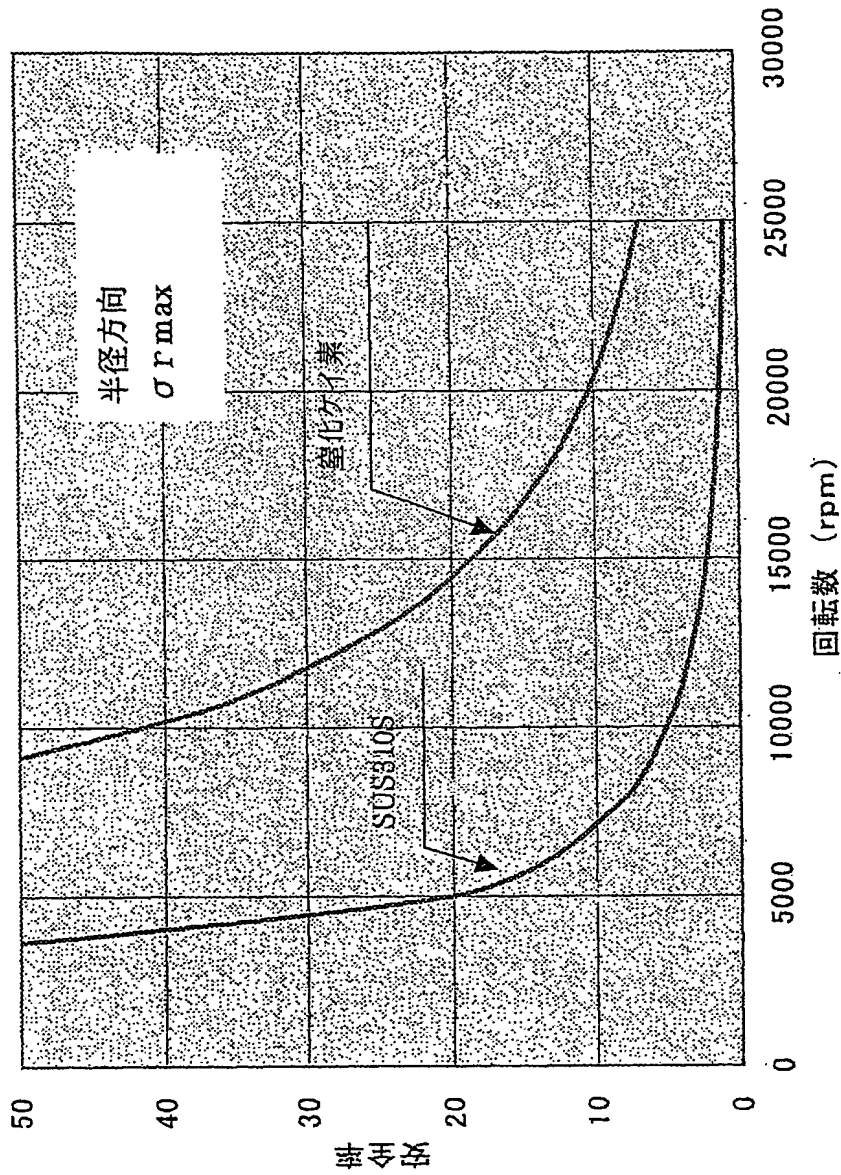
- 1 加熱部
- 2 温度制御部
- 3 回転部
- 4 回転速度制御部
- 5 真空磁気シール軸受け部
- 6 蓋体
- W ワーク部

【書類名】 図面

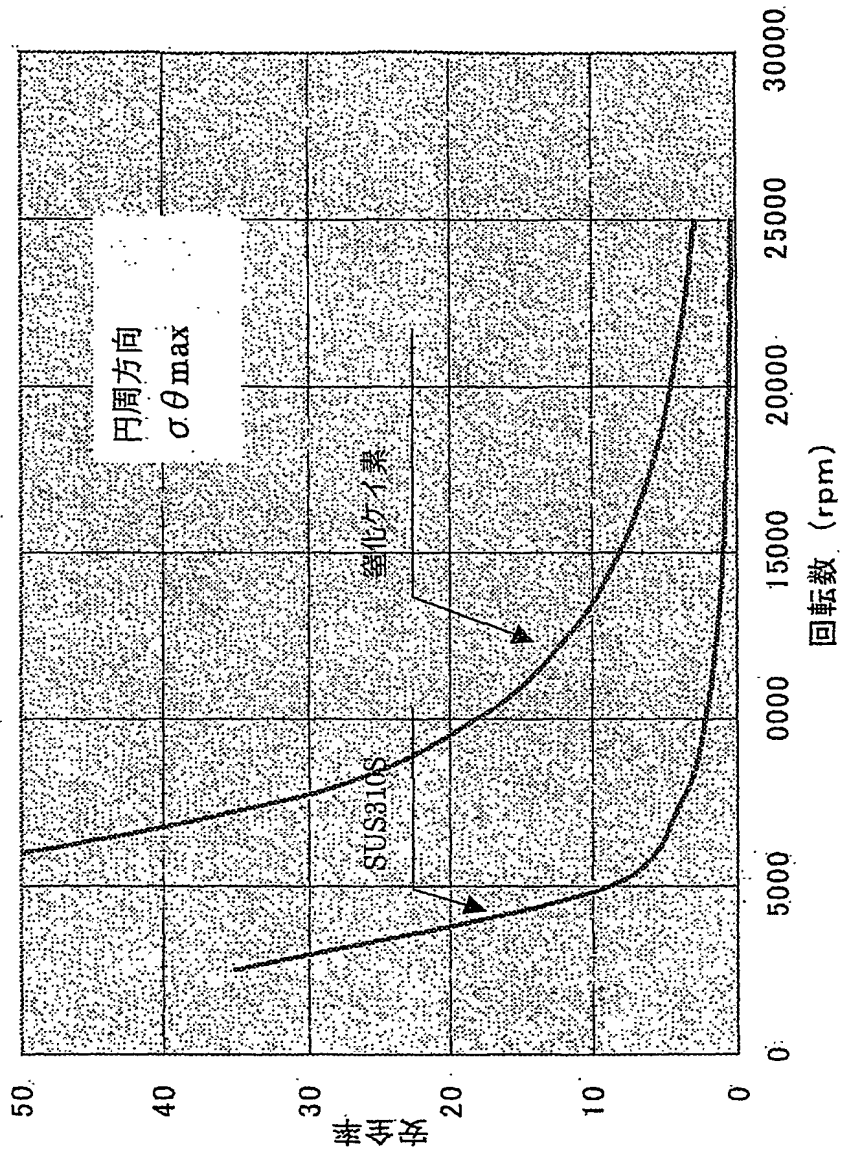
【図 1】



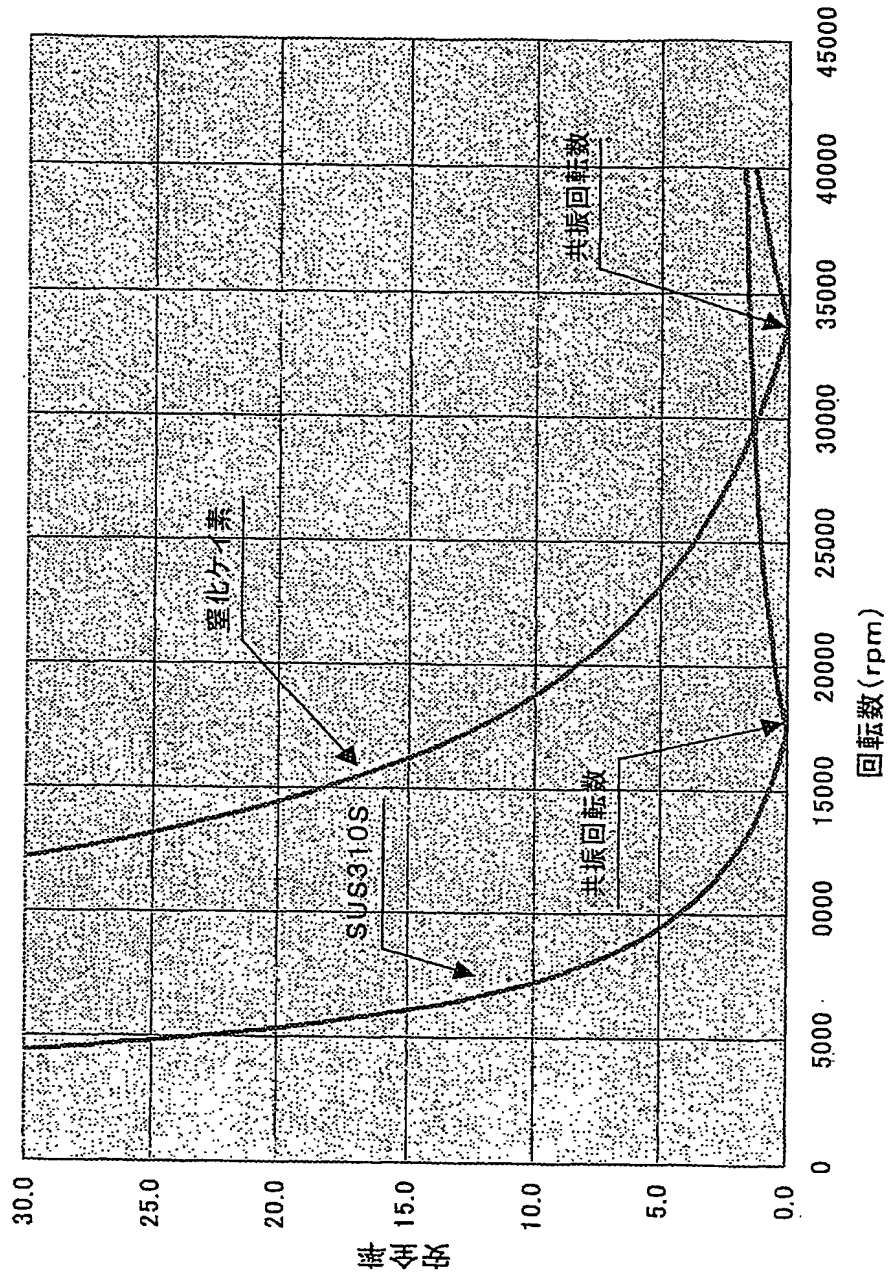
【図 2】



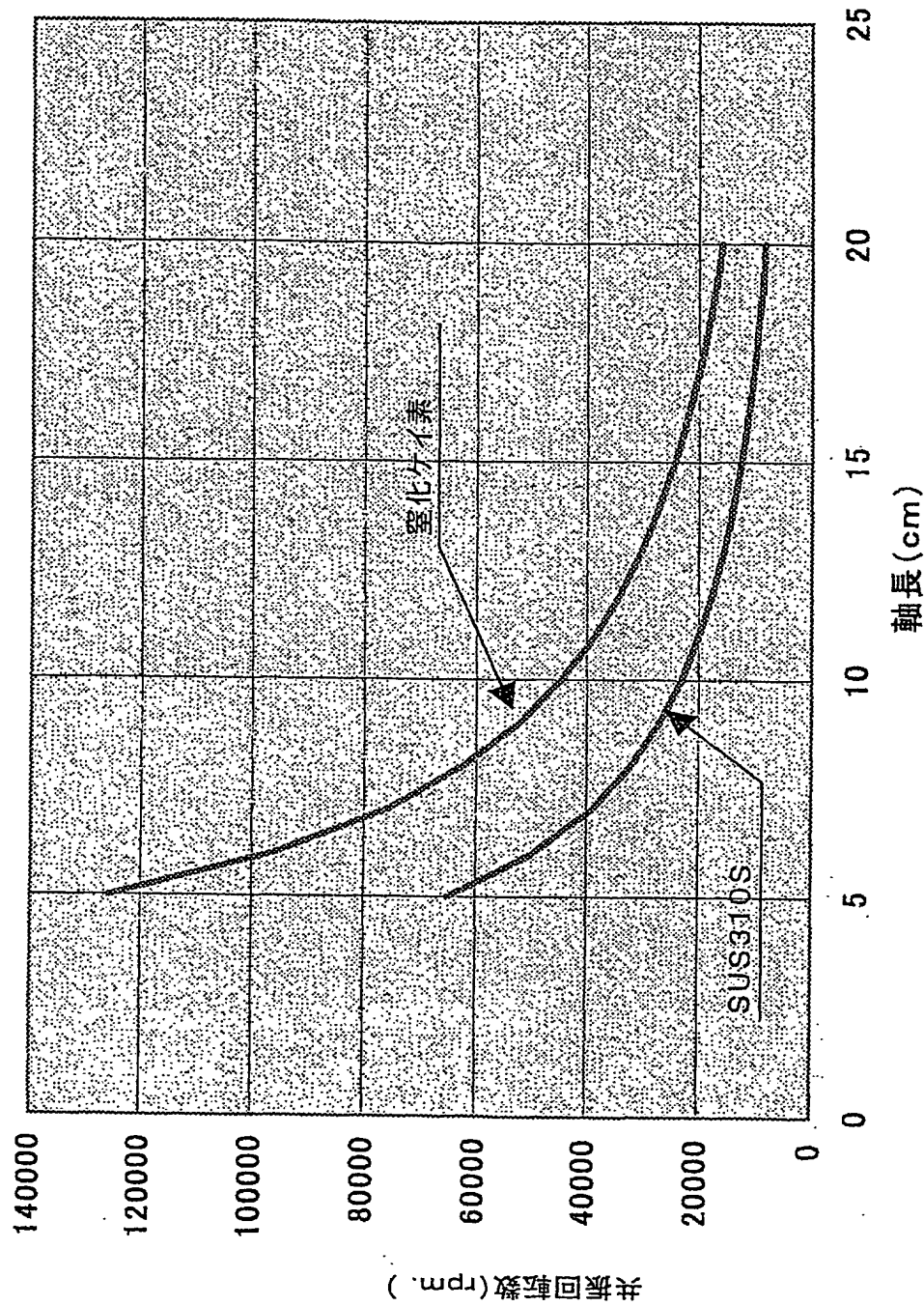
【図 3】



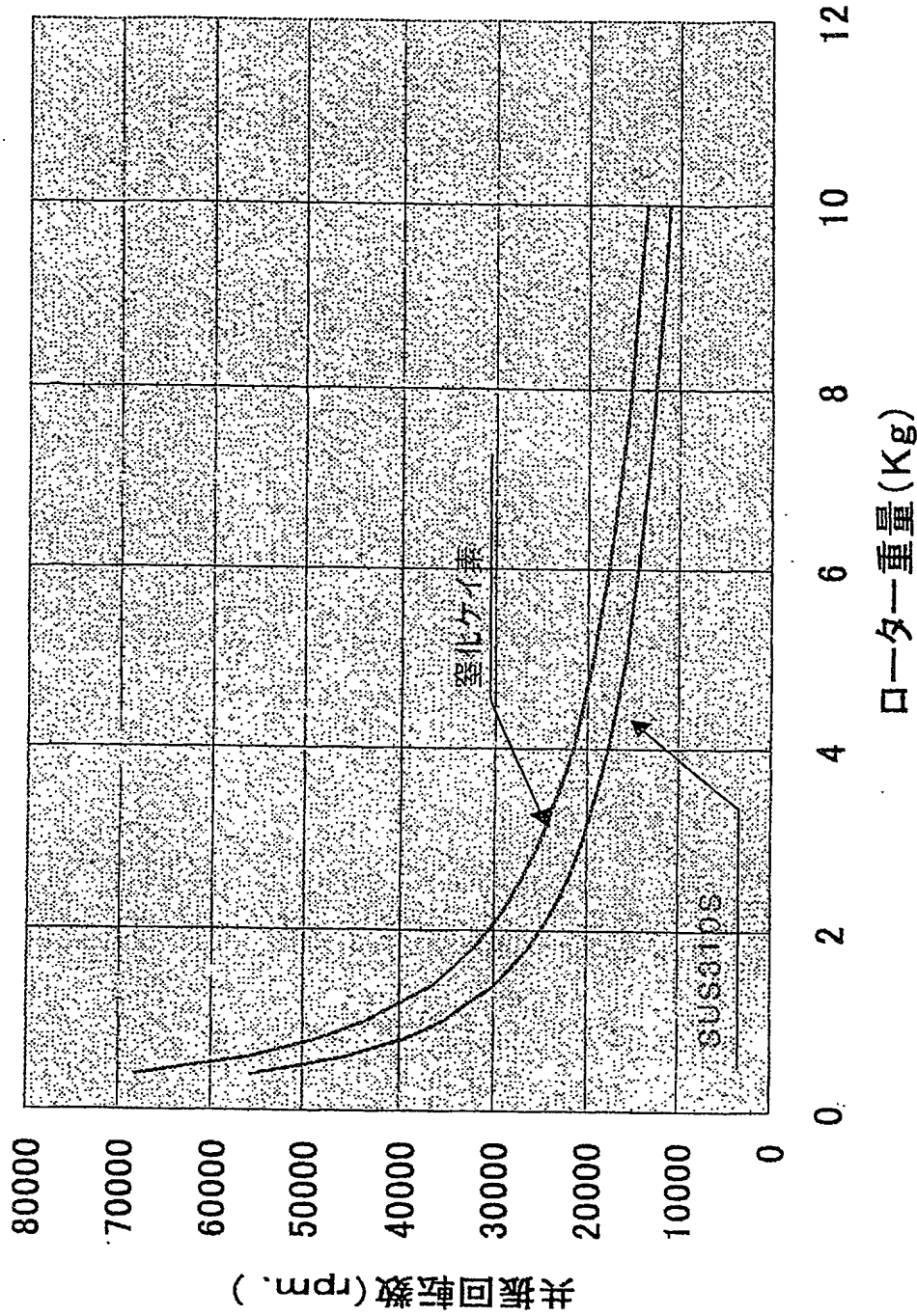
【図4】



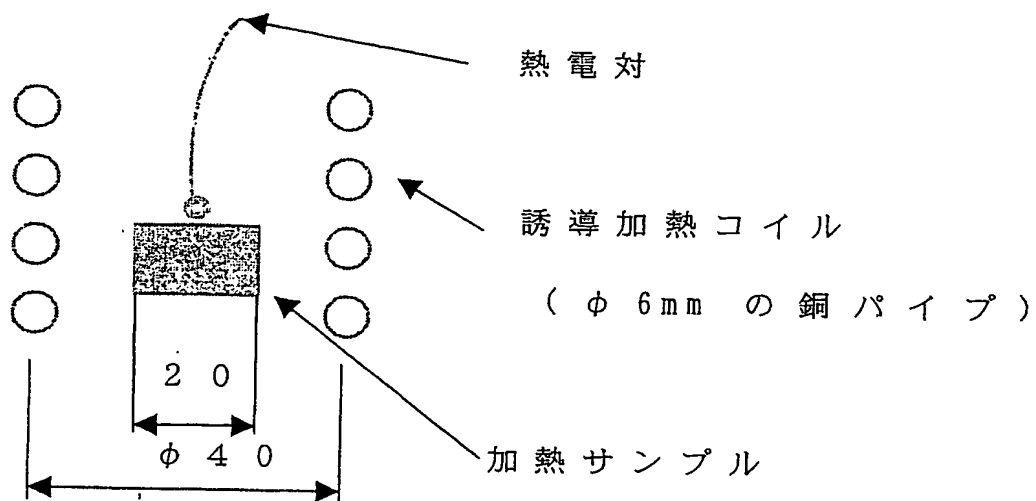
【図 5】



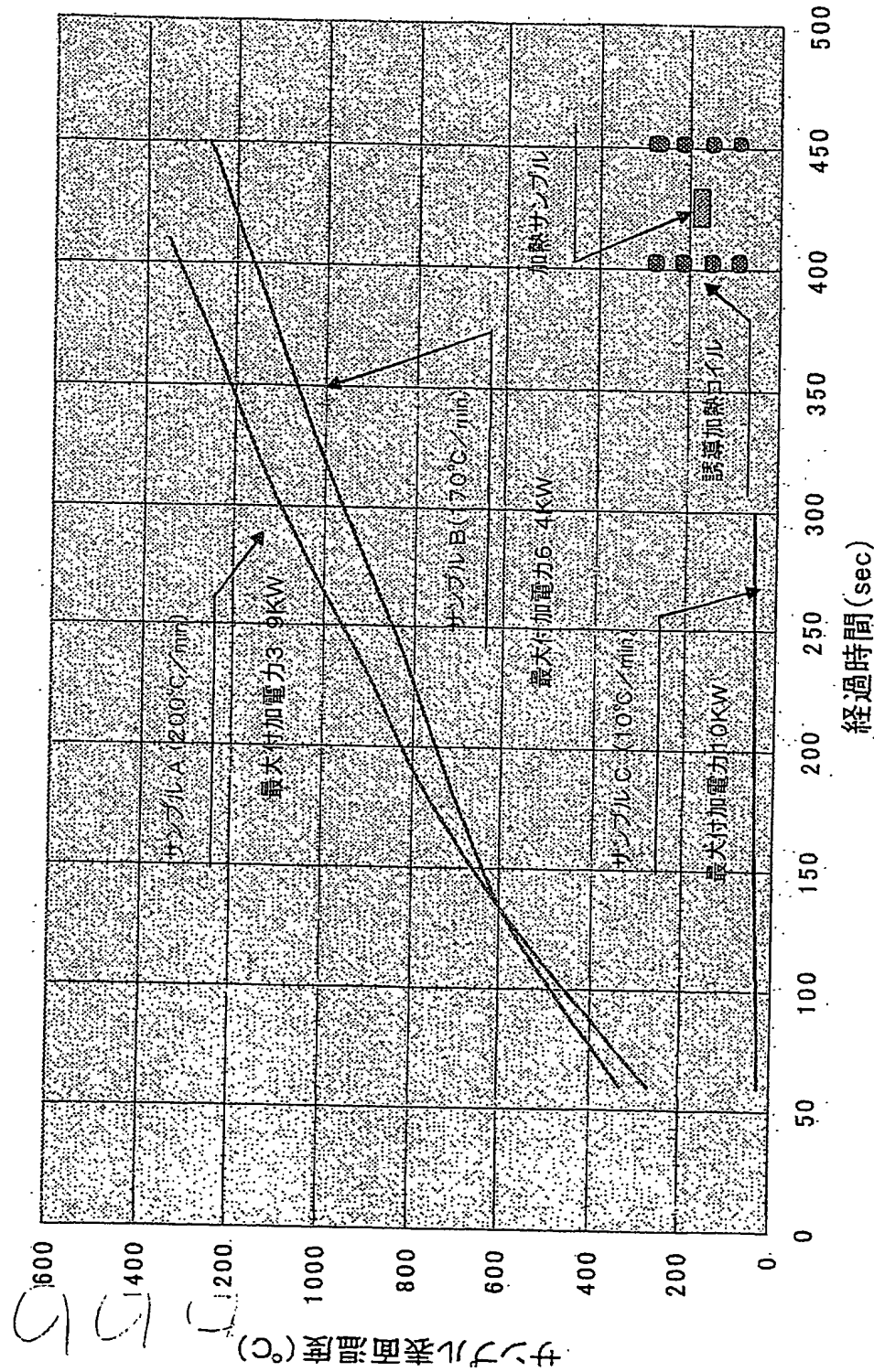
【図6】



【図 7】



【図8】



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 遠心焼結装置のローター、シャフト又は試料ホルダーを提供する。

【解決手段】 セラミックス又は金属粉体からなる成形体、又はセラミックス前駆体膜に、遠心力場及び温度場を付加する遠心焼結装置に使用するローター、シャフト又は試料ホルダーからなる部材であって、試料ホルダーを回転させるローター、シャフト又は試料ホルダーをセラミックスで構成したことを特徴とする遠心焼結装置のセラミックス部材、上記試料ホルダーを回転させるローターを導電性炭化ケイ素セラミックスで構成し、誘導加熱手段を用いてローターだけを選択的に自己発熱させることにより試料を間接加熱するようにした上記セラミックス部材、上記試料ホルダーを誘電損失の大きい材料で構成し、誘電加熱手段を用いて試料ホルダーだけを選択的に発熱させることにより試料を間接加熱するようにした上記セラミックス部材。

【選択図】 図 1

特願 2002-382579

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号

[301021533]

1. 変更年月日

2001年 4月 2日

[変更理由]

新規登録

住 所

東京都千代田区霞が関1-3-1

氏 名

独立行政法人産業技術総合研究所

特願 2002-382579

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号

[300068834]

1. 変更年月日

2000年 9月 1日

[変更理由]

新規登録

住 所

愛知県豊川市穂ノ原三丁目1番地

氏 名

新東バイセラックス株式会社

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☒ **BLACK BORDERS**
- ☒ **IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- ☒ **FADED TEXT OR DRAWING**
- ☐ **BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- ☐ **SKEWED/SLANTED IMAGES**
- ☒ **COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- ☐ **GRAY SCALE DOCUMENTS**
- ☐ **LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- ☐ **REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- ☐ **OTHER:** _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.
As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.